

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

0 398 798
A2

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 90401290.3

(51) Int. Cl.⁵: C11B 9/02, A23L 1/221

(22) Date de dépôt: 15.05.90

(30) Priorité: 16.05.89 CA 600322

(43) Date de publication de la demande:
22.11.90 Bulletin 90/47(84) Etats contractants désignés:
CH ES FR IT LI(71) Demandeur: HER MAJESTY THE QUEEN IN
RIGHT OF CANADA AS REPRESENTED BY
THE MINISTER OF ENVIRONMENT CANADA

Ottawa, Ontario, K1A 0H3(CA)

(72) Inventeur: Paré, Jocelyn, J.R.
2759 Carousel Crescent, Suite 303
Gloucester, Ontario K1T 2N5(CA)
Inventeur: Sigouin, Michel
1036 rue des Bouleaux
Saint-Pie-de-Bagot, Québec J0H 1W0(CA)
Inventeur: Lapointe, Jacques
2840 Bld.des Gouverneurs Apt. 8
Saint-Hyacinthe, Québec J2S 1B2(CA)

(74) Mandataire: Phélip, Bruno et al
c/o Cabinet Harlé & Phélip 21, rue de La
Rochefoucauld
F-75009 Paris(FR)

(54) Extraction de produits naturels assistée par micro-ondes.

(57) L'extraction de produits naturels à partir de matériel biologique est accrue et accélérée lorsqu'il est mis en contact avec un extractant et exposé simultanément à une radiation micro-onde. Normalement le solvant choisi est transparent aux micro-ondes et reste à température ambiante; toutefois, il peut n'être que partiellement transparent si un échauffement est tolérable. Une quantité suffisante de solvant doit être présente pour permettre l'extraction visée. Les produits de l'extraction sont récupérés par des procédures courantes. Les matériels utilisés pour l'extraction incluent la menthe, la livèche écossaise, le feuillage de cèdre et l'ail. Les solvants peuvent être de l'hexane, du dichlorométhane ou de l'éthanol. Les extractions peuvent se faire en deux étapes ou plus avec différents solvants pour chaque étape. Certains de ces produits d'extraction sont nouveaux et bien distincts des produits obtenus par entraînement à la vapeur.

EP 0 398 798 A2

Cette invention traite d'une nouvelle méthode d'extraction de produits naturels solubles à partir de matériel biologique qui utilise un applicateur à micro-ondes comme source d'énergie. En particulier, l'invention fournit une technique par laquelle des produits naturels peuvent être extraits sélectivement, en un temps relativement court par rapport aux méthodes traditionnelles d'extraction et permet un rendement d'extraction accru pour les composantes plus volatiles qui nécessitent normalement des méthodes d'extraction spéciales et distinctes. De plus, l'invention permet également d'extraire directement du matériel frais sans avoir à le sécher au préalable; cette dernière étape est un prérequis pour plusieurs autres méthodes.

10 État des connaissances et de la technologie

Des grains contenant des gras et des huiles ont été séchés par micro-ondes avant d'être décortiqués et extraits pour leurs huiles, e.g. voir Gannon, Brevet américain n° 4 464 402, 07 août 1984. Des grains et des graines ont également été extraits en utilisant des micro-ondes pour chauffer le solvant, e.g. voir Ganzler et Salgo, *Z. Lebensm. Unters. Forsch.* 184, 274-276(1987). Le séchage par micro-ondes d'autres aliments, suivi d'une extraction par solvant, a été utilisé comme procédure analytique, e.g. voir Collins, Brevet américain n° 4 554 132, 19 novembre 1985. Dans le brevet de Byrne, Royaume-Uni n° 1 209 675, 21 octobre 1970, des fruits de palme sont chauffés par micro-ondes suffisamment pour désactiver les enzymes présents avant d'extraire l'huile de palme au solvant. Le brevet canadien n° 987 993, 27 avril 1976, de Heitkamp *et al.* décrit une migration induite par micro-ondes des constituantes sapides et aromatiques vers la surface de tissus de plantes telles le tabac et le thé en présence d'humidité et, optionnellement, de solvant. La saveur et l'arôme étaient accrus quand le thé ou le tabac était consommé subséquemment. Aucune mention n'a été faite quant à un accroissement d'extraction de composantes dans un solvant: la puissance des micro-ondes et la quantité de solvant utilisées étant trop faibles pour que ce phénomène ait pu se produire. Un courant d'air a été circulé au-dessus de matériel végétal qui était soumis à une irradiation aux micro-ondes créant ainsi un échantillon de substances volatiles semblable à celui obtenu lors d'un échantillonnage par espace de tête, e.g. voir Craveiro *et al.*, *Flav. Frag. J.* 4, 43-44(1989).

Le besoin d'une méthode générale d'extraction qui peut être utilisée avec du matériel végétal de diverses origines est bien connu. L'industrie alimentaire, en particulier, requiert des méthodes qui sont polyvalentes, relativement peu coûteuses à exploiter et qui n'impliquent pas d'opérations compliquées qui augmentent les risques de bris et de dangers à la santé pour l'employé et pour le consommateur.

Résumé de l'invention

En accord avec la présente invention, un protocole d'extraction de divers produits naturels qui seraient acceptables, sans y être limités, à la consommation humaine, peut être effectué (plus sélectivement, plus efficacement, plus rapidement, avec moins de dangers associés à l'inflammabilité et moins de possibilités d'erreurs humaines) quand un applicateur micro-ondes est utilisé pour générer une hausse soudaine de la température à l'intérieur du matériel biologique, e.g. le système glandulaire de matériel végétal, qui est en contact (préférentiellement immergé dans un contenant) avec une quantité appropriée d'un solvant d'extraction donné qui est (a) transparent aux micro-ondes de façon à maintenir l'environnement qui entoure le matériel végétal froid par rapport à la température interne du matériel végétal, ou (b) partiellement transparent lorsqu'un échauffement est permis ou désirable.

Cette invention comprend un procédé pour l'extraction de produits solubles à partir de matériels biologiques comprenant:

- (a) du matériel biologique qui est sous forme subdivisée, et qui contient une composante dispersée qui absorbe les micro-ondes;
- (b) en mettant le matériel subdivisé en contact avec un agent extractant qui est transparent ou partiellement transparent aux micro-ondes;
- (c) en exposant le matériel subdivisé, en contact avec une quantité suffisante d'extractant pour permettre l'extraction désirée, à des micro-ondes possédant une fréquence qui est absorbée par le dit matériel, jusqu'à ce que l'extraction se soit produite;
- (d) en séparant le matériel résiduel de la phase extractante; et optionnellement
- (e) en récupérant le produit extrait - dans certains cas la phase extractante peut être utilisée "tel quel" dans des applications ne nécessitant pas l'isolement du produit extrait.

Selon une facette de cette invention, dans les cas où le matériel biologique est dépourvu d'humidité, l'extractant peut être partiellement transparent aux micro-ondes et une partie de l'extractant est imprégné

dans le matériel biologique de façon à devenir une composante dispersée absorbant les micro-ondes, avant que l'étape (c) ne soit effectuée. Alternativement, le matériel peut être hydraté ou réhydraté avec une quantité suffisante d'eau pour permettre l'absorption de micro-ondes recherchée.

Préférentiellement, dans les cas où le matériel biologique contient des composantes volatiles ou labiles, l'extractant est choisi pour sa grande transparence aux micro-ondes. Si des composantes labiles ou volatiles et indésirables sont présentes, l'extractant peut être choisi pour sa transparence partielle aux micro-ondes de façon à ce qu'un échauffement, dû à l'absorption de micro-ondes, se produise et soit suffisant pour éliminer ces mêmes composantes indésirables.

Selon une autre facette de cette invention, le matériel extrait après l'étape (d) peut être mis en contact avec un deuxième extractant de nature différente et exposé aux micro-ondes pour une seconde fois afin d'obtenir un deuxième produit d'extraction.

La dose de micro-ondes appliquée au matériel devrait être choisie de façon à maximiser l'extraction des composantes recherchées.

Description détaillée

Le mode d'action de ce procédé d'extraction a été étudié par microscopie électronique à balayage, alors que les effets du traitement aux micro-ondes sur les systèmes glandulaire et vasculaire du matériel végétal étaient visualisés et comparés à ceux produits lorsque d'autres méthodes d'extraction traditionnelles sont appliquées individuellement à du matériel végétal de la même espèce.

Ces études ont permis de conclure que le procédé d'irradiation aux micro-ondes agit comme suit: les micro-ondes traversent librement l'extractant transparent aux micro-ondes et atteignent les systèmes vasculaire et glandulaire du matériel biologique (un milieu transparent aux micro-ondes peut être défini comme un milieu caractérisé par une très faible constante diélectrique, e.g. hexane (1,9), tétrachlorure de carbone (2,2) et du bioxyde de carbone liquide (1,6 à 0 ° C et à 50 atm.), par opposition à des substances à fortes constantes diélectriques telles que l'eau (80,4)). Dans certains cas, des extractants partiellement transparents aux micro-ondes tels que l'éthanol (24,3) ou le dichlorométhane (9,1) peuvent être utilisés. Une fraction non négligeable de ces micro-ondes est absorbée par le matériel biologique: l'efficacité de l'absorption dépend largement du contenu en eau (ou de la composante absorbante ajoutée) du matériel au moment où le procédé d'extraction est effectué. Le résultat est une soudaine augmentation de la température à l'intérieur du matériel. Cette augmentation de température est plus grande à l'intérieur des systèmes vasculaire et glandulaire. La température continue de croître jusqu'à ce que la pression interne excède la capacité d'expansion des parois cellulaires, ce qui donne lieu à une explosion à l'échelle cellulaire. Les substances qui étaient situées à l'intérieur des cellules peuvent s'écouler librement vers l'extérieur. Elles migrent vers le milieu environnant qui, quant à lui, est relativement froid et peut les capter et les dissoudre. Le matériel solide peut être enlevé, e.g. par filtration, et la solution résultante peut être utilisée de la même façon que tout autre extrait de produits naturels.

La quantité d'extractant utilisée varie largement, mais devrait être suffisante pour extraire quantitativement toutes les composantes recherchées. Le rapport d'extractant au matériel à être extrait (L. kg⁻¹) peut, par exemple, varier d'environ 1:1 à environ 20:1.

Un examen approfondi des micrographies électroniques de matériel végétal fraîchement extrait démontre que le niveau de dislocation qui affecte la structure interne du système glandulaire de, e.g. la menthe poivrée du Canada, est aussi élevé pour une extraction induite par un traitement de 20 secondes aux micro-ondes que pour des extractions plus traditionnelles de 2 heures par entraînement à la vapeur ou de 6 heures par soxhlet. Les micrographies électroniques fournissent également une explication pour la qualité supérieure de l'extrait obtenu, alors que la durée relativement courte d'extraction (de l'ordre de 2 ou 3 minutes au total) amène un nouveau paramètre qui peut être varié par l'utilisateur de cette invention, soit le pouvoir de pénétration de l'extractant utilisé. Dans le cas de l'huile essentielle de menthe poivrée par exemple, et en utilisant de l'hexane comme extractant, la courte durée de l'extraction ne permet pas aux pigments et à d'autres composantes indésirables qui sont situées à l'intérieur de diverses membranes et autres parties similaires du matériel végétal d'être atteints par l'hexane, dont l'action pénétrante est grandement réduite pour des morceaux de matériel frais coupés lâchement, mais non moulus, tel qu'utilisé dans ce procédé d'extraction assisté par micro-ondes. Du matériel bien moulu (ou tout au moins bien broyé) est utilisé pour l'entraînement à la vapeur classique et pour d'autres procédés d'extraction où le calibre du matériel à extraire est d'importance, ce qui implique une opération ou une étape de plus vis-à-vis de la présente invention. Un simple examen visuel à l'oeil nu corrobore ce phénomène, alors que les extraits obtenus par ce procédé micro-ondes sont moins colorés (moins pigmentés) que les extraits

correspondants obtenus par entraînement à la vapeur.

Une autre caractéristique importante de cette invention a trait à la possibilité d'utiliser un système de milieux d'extraction, en tant qu'un seul extractant ou en tant que deux, ou plusieurs, extractants en série, de façon à obtenir des extraits fractionnés en quelques minutes et en utilisant le même appareillage. La technologie actuelle requiert des procédés de distillation distincts qui sont coûteux en temps et en argent. Ces procédés font appel à beaucoup d'appareillage distinct, ce qui engendre un investissement en capital bien plus grand. En fait, cette invention permet à un producteur d'effectuer une série de procédés d'extraction et de fractionnement au même site, avec le même appareillage et en moins de temps que la technologie actuelle.

La durée de l'irradiation micro-ondes requise pour effectuer l'extraction du système à l'étude varie avec l'espèce (et la variété) de la plante ou du matériel biologique utilisé (généralement, la durée est de l'ordre d'environ 10 à environ 100 secondes). La durée de l'irradiation variera également avec le taux d'humidité résiduelle du matériel à extraire puisque l'eau est très efficace à absorber le rayonnement micro-ondes (du matériel plus sec nécessitera, en général, une irradiation plus longue). Le taux d'humidité peut varier beaucoup: une gamme préférée serait, dans la plupart des cas, d'environ 40% à environ 90%. Cette méthode d'extraction peut être utilisée pour des procédés par lots aussi bien que pour des procédés *in continuum*, où l'extractant et le matériel à extraire passent ensemble au travers d'un applicateur micro-ondes en continu.

Le rayonnement micro-ondes est très pénétrant, cela permet d'appliquer ce procédé d'extraction à tout matériel d'origine végétal ou à tout autre matériel biologique possédant des propriétés rhéologiques semblables tels que, des anémones de mer, des concombres de mer, des algues (e.g. mousse irlandaise), des tissus animaux (e.g. du foie, des reins, des jaunes d'oeufs, etc.) ou d'autres biomasses telles que des fruits et légumes déclassés, e.g. oignons.

La dose ou puissance totale à appliquer peut être choisie et modifiée pour chaque variété de matériel: des études préliminaires peuvent établir la valeur appropriée pour une extraction la plus efficace possible. Toute longueur d'onde à l'intérieur du spectre des micro-ondes qui peut être absorbée en partie par une composante du matériel à extraire peut être employée puisque seuls des changements mineurs à la durée de l'irradiation devront être apportés pour compenser pour les variations d'absorption. Une valeur typique de la puissance serait d'environ 200 à environ 1 000 W, et une fréquence typique se situerait entre environ 2 000 et environ 30 000 MHz.

Le produit de l'extraction peut être isolé de l'extractant (après séparation du matériel solide par tamisage, filtration ou centrifugation) par au moins une méthode telle que distillation, osmose inverse, chromatographie, etc. Des méthodes de récupérations acceptables seront facilement identifiées par ceux possédant une bonne expertise dans le domaine. L'extractant séparé des produits de l'extraction peut être réutilisé aux mêmes fins sans autre purification.

Des exemples d'applications de cette invention où des extractions assistées par micro-ondes ont été effectuées sont fournis ci-bas. La dislocation des systèmes glandulaire et vasculaire d'une variété de matériels telle que décrite ci-haut démontre des améliorations sur un ou plusieurs aspects; ces derniers incluent accroissement du rendement, amélioration de la qualité de l'extract, réduction en temps et en coûts de production (réduction des coûts en personnel et des coûts en frais opérationnels), réduction des coûts d'acquisition du matériel brut (à cause des coûts réduits de préparation de ce matériel), réduction du nombre d'opérations et réduction des risques reliés au procédé (vis-à-vis des humains et des facilités physiques), ou une combinaison de ces facteurs, par rapport aux procédés d'extraction présentement utilisés. Ces exemples sont illustratifs et typiques, mais non exhaustifs, ni limitatifs.

EXEMPLE 1

L'huile essentielle de menthe poivrée est représentative d'un extrait à valeur ajoutée, conséquemment une huile essentielle de menthe poivrée (*Mentha piperita*) a été extraite (pour fins de comparaison) pendant 2 heures par entraînement à la vapeur avec un rendement d'environ 0.3% de la masse du produit végétal frais (deux extractions ont donné des rendements de 0.264 et de 0.290%). Des tissus végétaux fraîchement récoltés ont été coupés en pièces d'environ 1 cm et trois lots de 100 g ont été immergés et dispersés dans 250 mL chacun d'hexane (transparent aux micro-ondes) dans des contenants ouverts à l'air ambiant. Ces mélanges ont été soumis au traitement micro-ondes qui suit, les tissus végétaux ont ensuite été enlevés par filtration sur papier et l'huile de menthe a été récupérée de l'hexane par évaporation sous vide. Les rendements en huile ont été calculés en fonction du matériel frais. Une irradiation aux micro-ondes de 40 secondes appliquée à une puissance de 625 watts et à une fréquence de 2450 Mhz sur des

tissus frais de menthe a produit une huile à un rendement comparable à ceux de l'entraînement à la vapeur de 2 heures. Trois extraits produits par irradiation aux micro-ondes ont donné des rendements de 0.474, 0.343 et 0.296% selon le niveau d'humidité résiduelle dans le matériel végétal. Quoique la qualité des extraits produits par la courte irradiation aux micro-ondes décrit ci-haut soit supérieure à celle des extraits obtenus par entraînement à la vapeur, tel que démontré par un pourcentage plus faible de pulegone et un pourcentage plus élevé de menthol et de menthone, le même facteur de pondération du revenu des ventes a été utilisé pour mettre en évidence (Tableau I) les avantages économiques reliés à l'utilisation de cette invention. Le fait que l'extrait par micro-ondes était de classement supérieur (et de plus grande valeur au marché) a été ignoré dans les coûts comparatifs établis au Tableau I où il est évident que le facteur de revenu net (ou différence entre les coûts et les revenus de vente anticipés) pour l'extraction aux micro-ondes est d'environ le double de celui pour l'entraînement à la vapeur. En d'autres mots, le Tableau I montre que l'utilisation de cette invention amènerait, dans ce cas particulier, des profits nets supérieurs de 94% à ceux obtenus par le procédé d'entraînement à la vapeur couramment employé.

TABLEAU I

Facteur	Entraînement à la vapeur	Procédé micro-onde
Revenus des ventes	1.00	1.00
Acquisition du matériel brut	0.46	0.46
Transformation	0.24	0.13
Main-d'oeuvre	0.11	0.055
Contenants et étiquetage	0.0075	0.0075
Facteur de revenu net	0.18	0.35

L'exemple 2 qui suit porte sur du matériel végétal différent et présente des données plus spécifiques sur la nature des changements affectant le contenu des extraits par rapport aux extraits obtenus par entraînement à la vapeur.

EXEMPLE 2

De la livèche écossaise avec un contenu de 90% en eau et récoltée sur la rive nord de la rivière Saguenay à environ 10 km de Chicoutimi, Québec, a été coupée en morceaux d'environ 2.5 cm ou macérée aux mêmes dimensions à l'aide d'un broyeur à grand rendement. Des lots de 100 g de matériel avec un contenu de 80% en eau ont été coupés de la même façon et dispersés dans 250 mL d'hexane et soumis à une irradiation aux micro-ondes (puissance de 625 watts et fréquence de 2450 MHz) pour 40, 50 ou 60 secondes. Des échantillons du matériel coupé et du matériel macéré (90% en eau) ont été extraits par entraînement à la vapeur pendant 90 minutes. Le rendement (%) en huile extraite a été calculé. L'apiolène, une composante importante de l'extrait, a été quantifiée par rapport au matériel brut et à l'huile extraite par chromatographie en phase gazeuse. Les résultats sont présentés dans le Tableau II.

TABLEAU II

Procédé	% apiole dans brut	% huile extraite	% apiole dans huile
Entraînement à la vapeur (90 min.; morceaux de 2.5 cm)	0.151	0.225	67.1
Entraînement à la vapeur (90 min.; matériel macéré)	0.139	0.210	66.3
Irradiation aux micro-ondes (40 s.; dans hexane)	0.130	0.165	78.8
Irradiation aux micro-ondes (50 s.; dans hexane)	0.136	0.180	75.6
Irradiation aux micro-ondes (60 s.; dans hexane)	0.121	0.161	75.2

La valeur au marché de l'huile essentielle de livèche écossaise dépend énormément de son contenu en apiole. Le Tableau II démontre qu'un contenu plus grand en apiole dans l'huile essentielle de livèche écossaise est obtenu quand cette invention est utilisée au lieu de l'entraînement à la vapeur.

Le Tableau II montre que l'utilisation de cette invention, dans cet exemple particulier, a produit un volume un peu plus petit (de 25%) d'huile essentielle mais dont la qualité, telle que définie par son contenu en apiole, était supérieure (de 15%). De plus, les extraits aux micro-ondes rapportés dans le Tableau II, ont été obtenus à partir de matériel ne contenant que 80% d'humidité résiduelle alors que le matériel utilisé pour fabriquer l'extrait par entraînement à la vapeur contenait 90% d'humidité résiduelle. Le matériel utilisé pour l'extraction aux micro-ondes était moins onéreux à acquérir de par son prix d'achat réduit (vendu au poids) et à cause de son contenu absolu réduit en apiole (l'apiole est entraîné par l'eau alors que cette dernière s'évapore). Il y a lieu de noter que le procédé d'extraction aux micro-ondes non seulement a fourni un meilleur rendement en apiole, mais il l'a fourni avec du matériel qui contenait, au départ, moins d'apiole. Ceci démontre clairement la valeur ajoutée obtenue en utilisant cette invention. Le résultat tangible de cet exemple particulier est qu'un revenu net supérieur (parce que la combinaison de deux facteurs, soit un coût d'approvisionnement réduit pour le matériel brut et un extrait de valeur de vente supérieure dépasse le facteur de production quelque peu réduite) pourrait être réalisé par cette méthode assistée par micro-ondes.

EXEMPLE 3

L'extraction par entraînement à la vapeur de cèdre produit une huile essentielle qui a un contenu trop élevé en composantes peu volatiles. Pour remédier à ce problème il faut raccourcir la durée de l'extraction ou effectuer une distillation fractionnée subséquente. La première solution implique des réductions de rendement coûteuses alors que la seconde entraîne des coûts de production plus élevés et un temps de production plus que doublé. Cette invention peut être utilisée pour alléger ces problèmes en produisant deux fractions distinctes, en un temps total de production qui est malgré tout plus court que le temps requis pour effectuer une seule extraction par entraînement à la vapeur. De plus, la fraction légère ou hexanique obtenue par cette extraction en deux étapes possédait une valeur de marché supérieure comparativement à l'extrait obtenu par entraînement à la vapeur parcequ'elle était plus propre et contenait moins de composantes lourdes et indésirables. Le Tableau III démontre ces propriétés à partir d'extraits qui furent obtenus quand du cèdre frais a été soumis à un entraînement à la vapeur traditionnel pendant 2 heures lors d'une expérience, et à deux irradiations aux micro-ondes de 30 secondes chacune, en série, alors qu'il était immergé dans de l'éthanol d'abord et dans de l'hexane ensuite, dans une autre expérience. Les données du Tableau III sont normalisées en fonction des dix composantes les plus importantes de l'extrait obtenu par entraînement à la vapeur et utilisé comme référence, telles que quantifiées par chromatographie en phase gazeuse (sur une colonne de type DB-5 avec une programmation de température appropriée). Cette procédure chromatographique est la méthode habituelle pour évaluer le contenu d'une huile essentielle. La puissance de la deuxième irradiation aux micro-ondes a été réduite à 312,5 watts (de 625 watts) pour l'extraction dans l'hexane de façon à diminuer les coûts de transformation et à prendre en considération le fait que le système vasculaire du matériel végétal avait déjà été disloqué lors de la première irradiation. Nous avons trouvé lors d'autres essais que d'effectuer un entraînement à la vapeur sur du matériel qui avait été préalablement immergé dans de l'éthanol et soumis à une irradiation micro-ondes produit un extrait dont le contenu est similaire à l'extrait hexanique décrit au Tableau III, i.e. dévolu de sa fraction lourde.

TABLEAU III

Mode d'extraction	10 composantes de l'huile essentielle de cèdre (%) les plus importantes									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Entraînement-vapeur	2.02	15.9	61.3	10.9	3.05	1.86	1.93	0.92	0.97	1.26
Micro-ondes:										
Extrait éthanolique	0	0	3.15	0	0	0	0	0	39.6	54.3
Extrait hexanique	2.63	14.1	59.7	11.1	3.68	0	5.03	3.85	0	0

Une utilisation séquentielle du procédé micro-ondes de cette invention, en combinaison avec des solvants ou des systèmes de solvants utilisés en série a produit, dans cet exemple particulier, une huile essentielle (extrait hexanique) dont la valeur de marché est supérieure, à cause de sa plus grande propreté comparativement au produit obtenu par entraînement à la vapeur, parce que l'extrait hexanique était dévolu de composantes plus lourdes et indésirables qui ont été enlevées lors de la première irradiation aux micro-ondes dans l'éthanol. L'extrait éthanolique, quant à lui, peut être utilisé de la même façon que l'on utilise les fractions obtenues par des procédés de distillation fractionnée plus ardues et plus coûteux, e.g. "tel quel" dans des formulations d'oléorésines. Une autre caractéristique de cette invention réside dans le fait que l'éthanol et l'hexane utilisés dans ces essais sont demeurés froids, minimisant ainsi les principaux risques de feu et d'explosion de même que les besoins spéciaux en matière de ventilation normalement associés avec les usines d'extraction traditionnelles où des solvants inflammables et/ou volatiles sont utilisés.

EXEMPLE 4

Il est bien reconnu que certains extraits de produits naturels sont très sensibles à tout traitement thermique à cause de la labilité de son contenu. L'ail souffre fortement de ce phénomène qui représente une barrière majeure à la production d'un extrait de qualité reproductible qui peut satisfaire la demande du consommateur pour une uniformité de leurs produits. Il a été démontré dans la littérature qu'une grande partie des extraits d'ail connus à ce jour sont constitués d'artefacts qui sont produits durant le processus d'extraction utilisant une source thermique. L'entraînement à la vapeur, bien que considéré comme étant un traitement thermique relativement doux, souffre des mêmes pièges, i.e. il conduit à des artefacts de même acabit dans le cas de l'ail. La température de l'ail dans le système utilisé tout au long de cet exemple est demeurée tout près de la température ambiante.

De l'ail, contenant environ 30% d'eau, a été subdivisé en morceaux d'environ 1 cm de longueur. Des échantillons d'environ 100 g de ce même matériel ont été extraits par entraînement à la vapeur pendant 2 heures. D'autres échantillons d'environ 100 g ont été dispersés dans environ 250 mL de dichlorométhane et soumis aux micro-ondes (625 watts, 2450 MHz) pour 30 secondes. L'huile extraite a été récupérée par évaporation sous vide et elle fut analysée par chromatographie en phase gazeuse.

Le Tableau IV montre que le contenu des extraits obtenus par irradiation aux micro-ondes contenaient deux produits souffrés inconnus, B et C. Les rendements relatifs calculés pour ces deux composés étaient très reproductibles d'un essai à l'autre.

TABLEAU IV

Composition des extraits d'ail (%)										
Irradiation micro-ondes			Entraînement à la vapeur							
(30 s.; dichlorométhane)			(2 heures)							
A*	B	C	A*	D	E	F	G	H	I	J
22.2	28.4	49.4	14.7	5.80	45.9	9.92	8.96	4.84	5.96	3.94

*La composante A est la seule qui est commune aux deux extraits.

Les résultats de nos essais, tels qu'exemplifiés dans le Tableau IV montrent que l'utilisation de cette invention, dans cet exemple particulier, a produit un extrait d'ail stable constitué principalement des produits B et C qui ne sont pas des artefacts puisqu'ils étaient reproductibles d'essai en essai et qu'ils n'étaient pas altérés par des conditions modifiées (comme c'est le cas pour des extraits d'ail obtenus par procédés d'extraction traditionnels). Le rapport des composantes B/C de l'extrait micro-ondes était reproductible en-deçà de 0,5% lors des divers essais. La composante A, qui est aussi présente dans l'extrait obtenu par entraînement à la vapeur variait davantage; il s'agit peut-être d'un artefact. Toutes les composantes de l'extrait obtenu par entraînement à la vapeur variaient beaucoup (plus de 10%) entre extraits qui avaient été produits au même moment et sous de mêmes conditions d'extraction. Il est apparent que l'utilisation de cette invention, e.g. tel que démontré dans cet exemple conduit, dans certains cas, au développement reproductible d'ingrédients naturels nouveaux pour l'industrie de l'alimentation (humaine et animale) qui n'étaient pas extractables avec toute autre technique d'extraction connue jusqu'ici.

Revendications

1. Un procédé pour extraire les produits solubles de divers matériels biologiques comprenant:
 - (a) du matériel biologique qui est sous forme subdivisée, et possède une composante dispersée qui absorbe les micro-ondes;
 - (b) en mettant le matériel subdivisé en contact avec un extractant qui est transparent ou partiellement transparent aux micro-ondes;
 - (c) en exposant le matériel subdivisé, lorsqu'il est en contact avec suffisamment d'extractant pour permettre l'extraction, à des micro-ondes possédant une fréquence qui est absorbée par une composante dudit matériel, jusqu'à ce l'extraction soit complétée substantivement;
 - (d) en séparant le matériel résiduel de la phase extractante; et optionnellement
 - (e) en récupérant le produit extrait.
2. Le procédé de la revendication 1 où le matériel biologique est du tissu végétal.
3. Le procédé de la revendication 1 où la composante dispersée est de l'humidité et où le taux d'humidité se situe entre environ 40 et environ 90% par poids.
4. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où le matériel biologique est subdivisé suffisamment pour que tout le matériel désiré soit accessible à l'extractant.
5. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où l'extractant est partiellement transparent aux micro-ondes et où une partie de l'extractant est imprégné dans le matériel de façon à devenir une composante dispersée qui absorbe les micro-ondes, avant l'étape (c).
6. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où le matériel biologique contient des composantes recherchées qui sont labiles ou volatiles et où l'extractant est choisi en fonction de sa grande transparence aux micro-ondes.
7. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où le matériel biologique contient des composés indésirables qui sont labiles ou volatiles et où l'extractant est choisi en fonction de sa transparence partielle aux micro-ondes de façon à permettre un échauffement suffisant (dû à l'absorption des micro-ondes) pour enlever ou décomposer ces mêmes composantes, lors de l'irradiation aux micro-ondes.
8. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où le matériel résiduel après l'étape (d) est mis en contact avec un deuxième extractant ayant des propriétés de solvant et/ou de pénétration différentes du premier, et exposé aux micro-ondes pour une deuxième fois pour générer un deuxième produit d'extraction.
9. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où le rapport de l'extractant au matériel brut (L. kg⁻¹) varie

d'environ 1:1 à environ 20:1.

10. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où l'exposition aux micro-ondes a une durée d'environ 10 à environ 100 secondes à une puissance variant d'environ 200 à environ 1000 watts et à une fréquence variant de 2 000 à 30 000 MHz, et la dose étant choisie de façon à accroître l'extraction.

5 11. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où le produit est récupéré de la phase extractante lors de l'étape (e) et que la phase extractante, une fois dévolue de son extrait, est réutilisée pour l'étape (b).

12. Le procédé des revendications 1, 2 ou 3 où le matériel biologique brut est sec et soumis à une hydratation ou à une réhydratation avant l'étape (c).

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Numéro de publication:

**0 398 798
A3**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt: 90401290.3

(51) Int. Cl.⁵: C11B 9/02, A23L 1/221

(22) Date de dépôt: 15.05.90

(30) Priorité: 16.05.89 CA 600322

(43) Date de publication de la demande:
22.11.90 Bulletin 90/47(84) Etats contractants désignés:
CH ES FR IT LI(88) Date de publication différée du rapport de
recherche: 27.12.90 Bulletin 90/52(71) Demandeur: HER MAJESTY THE QUEEN IN
RIGHT OF CANADA AS REPRESENTED BY
THE MINISTER OF ENVIRONMENT CANADA

Ottawa, Ontario, K1A 0H3(CA)

(72) Inventeur: Paré, Jocelyn, J.R.
2759 Carousel Crescent, Suite 303
Gloucester, Ontario K1T 2N5(CA)
Inventeur: Sigouin, Michel
1036 rue des Bouleaux
Saint-Pie-de-Bagot, Québec J0H 1W0(CA)
Inventeur: Lapointe, Jacques
2840 Bld.des Gouverneurs Apt. 8
Saint-Hyacinthe, Québec J2S 1B2(CA)(74) Mandataire: Phélip, Bruno et al
c/o Cabinet Harlé & Phélip 21, rue de La
Rochefoucauld
F-75009 Paris(FR)

(54) Extraction de produits naturels assistée par micro-ondes.

(57) L'extraction de produits naturels à partir de matériel biologique est accrue et accélérée lorsqu'il est mis en contact avec un extractant et exposé simultanément à une radiation micro-onde. Normalement le solvant choisi est transparent aux micro-ondes et reste à température ambiante; toutefois, il peut n'être que partiellement transparent si un échauffement est tolérable. Une quantité suffisante de solvant doit être présente pour permettre l'extraction visée. Les produits de l'extraction sont récupérés par des procédures courantes. Les matériels utilisés pour l'extraction incluent la menthe, la livèche écossaise, le feuillage de cèdre et l'all. Les solvants peuvent être de l'hexane, du dichlorométhane ou de l'éthanol. Les extractions peuvent se faire en deux étapes ou plus avec différents solvants pour chaque étape. Certains de ces produits d'extraction sont nouveaux et bien distincts des produits obtenus par entraînement à la vapeur.

EP 0 398 798 A3



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 90 40 1290

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
X	AU-A-578313 (W.A.J. GREVE) * revendications *	1-11	A23L1/221 C11B9/02
X	GB-A-2004197 (VEB RATIONALIERUNG HALLE) * revendications *	1-8	
A	US-A-2925328 (L.M. ROMAGNAN) * le document en entier *	1	
A	US-A-3025220 (E.C. KUNZ ET AL.) * le document en entier *	1	
A	FR-A-1201108 (SIBRA) * le document en entier *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			A23L C11B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 31 OCTOBRE 1990	Examinateur VAN MOER A.M.J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			
I : théorie ou principe à la base de l'invention F : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande I : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

EPO FORM 1503 (01.82 (P0402))